

FRENCH REPUBLIC
NATIONAL INSTITUTE
OF INDUSTRIAL PROPERTY

PARIS

(11) Publication No.:
(To be used only for
reproduction orders).

2 315 318

A1

**PATENT
APPLICATION**

(21)

N° 75 20102

(54) **Process for preparing an electrochemical catalyst.**

(51) Int'l Patent Classification (Int. Cl.²). B 01 J 37/32, 23/42; H 01 M 4/90, 8/00.

(22) Date of filing..... June 26, 1975 at 15:35.

(33)(32)(31) Priority claimed:

(41) Date of making the application
available to the public..... B.O.P.I. – «Listes» No. 3, 1-21-1977.

(71) Applicant: Partnership "SOCIETE GENERALE DE CONSTRUCTIONS
ELECTRIQUES ET MECANIQUES «ALSTHON ET CIE»", located in
France.

(72) Inventors: John Batzold, Pierre Bono, Claude Legras, and Gilbert Nicolaon.

(73) Proprietor: *Idem* (71)

(74) Agent: Pierre Belloc.

It is an object of the present invention to provide a process for preparing a catalyst comprising a metal, in particular, a noble metal that is very finely dispersed on a support, with the catalyst being capable of promoting the electrochemical oxidation of hydrogen as well as the electrochemical reduction of oxygen.

Catalysts consisting of noble metals such as platinum deposited on an inert support are typically in the form of a dispersion with a low metal content (around 1% by weight) on a solid with a high specific surface area (i.e. 500 to 1,500 m²/g). In most cases such supports have a microporous texture. This creates problems associated with the diffusion of reagents and reaction products via mass transfer into microcapillaries during the use of such catalysts. Understandably, therefore, it is desirable to prepare catalysts on supports of very low porosity or even zero porosity in order to avoid such problems. Such supports typically have a low surface area, on which it is much more difficult to disperse the noble metal in an efficient and hence more economical manner.

Furthermore, to be able to produce a sufficient active mass in applications where a relatively thin catalyst bed has to be utilized, it is important to use a high concentration of metal, and this concentration may be considerably higher than 10% on the support; the latter consideration is particularly relevant in case of thin electrodes of fuel cells.

In fact, in order to obtain maximum catalytic activity in conjunction with the smallest ohmic drop possible and limited installation space requirements, it is necessary to concentrate a sufficient amount of the electrocatalytically active compound (about 0.1 to 1 mg/cm²) within the narrow thickness (50 to 200 microns) of the porous electrode.

When traditional methods of supported catalyst preparation are used, these two conditions, i.e., on the one hand, using a support of low or zero microporosity and consequently of moderate specific surface area that is generally less than about 500 m²/g, and, on the other hand, providing a high content of the active element, lead to a state of division that is too coarse, resulting in a very inadequate use of noble metals.

The method contemplated by the Applicant permits preparation of well-dispersed catalysts with a high content of noble metal both on supports with a large surface area, in particular, on the order of 1000 m²/g, and on supports of a lesser specific surface area, 75 to 500 m²/g, to be precise.

Thus, it is an object of the invention to provide a process for preparing an electrochemical catalyst, wherein the following consecutive steps are carried out:

- placing a support in a vessel maintained under a reduced pressure of 10⁻¹ to 10⁻⁶ torr and a temperature of 100 to 1000°C, which are maintained for 2 to 100 hours,
- allowing the support to cool to ambient temperature under the reduced pressure,
- bringing the vessel to atmospheric pressure by introducing an inert gas free of any condensable impurities,
- impregnating the support with a solution of a metal salt under vigorous agitation so as to obtain a viscous paste,
- freezing the paste by immersion into liquid nitrogen,
- drying the thus frozen paste by freeze-drying until a fine powder is obtained,
- immediately reducing the fine powder under a hydrogen atmosphere at a reduction temperature of 150 to 600°C maintained for 10 minutes to 5 hours,
- allowing the reduced powder to cool to ambient temperature, preferably under a neutral atmosphere, and

passivating the reduced powder and cooling, preferably under an inert atmosphere, by the controlled introduction of oxygen.

The support is made up of finely divided carbon with a specific surface area of at least $75 \text{ m}^2/\text{g}$.

Furthermore, the metal salt is a salt of a metal selected from the group comprising platinum, ruthenium, palladium, rhodium, and iridium.

The following examples are provided to give a better idea of the present invention and its advantages with the understanding that these examples are merely illustrative and are in no way limiting in nature.

According to the invention, first of all, all impurities that might have accumulated in the process of prior manipulations are removed from the surface of the catalyst support. The support is, for instance, a carbon black with a specific surface area of at least $75 \text{ m}^2/\text{g}$.

To that end, the support is placed in a vessel under reduced pressure on the order of 10^{-1} to 10^{-6} torr, at a temperature of 100 to 1000°C , or more preferably, 150 to 600°C , with such conditions maintained until the support reaches a constant weight. This operation typically lasts between 2 and 100 hours and most often for about 15 hours.

Subsequently, cooling is carried out under reduced pressure before bringing the vessel back to atmospheric pressure by introducing an inert gas (e.g. nitrogen) free of any condensable vapors.

Immediately after this operation, a preferably aqueous solution of a noble metal salt, e.g. chloroplatinic acid or platinum chloride, is used to impregnate the support under vigorous agitation, with the volume of the solution being such that a viscous paste is obtained at the end of the operation.

In addition to the above-mentioned salts, it is possible to use a nitrate and, in general, any salt soluble in an aqueous medium or in any other arbitrary solvent, such as, in particular, methanol or acetone.

The viscous paste is then instantly frozen by immersion into liquid nitrogen and dried by freeze-drying.

The fine powder resulting from the latter operation is immediately reduced under a hydrogen atmosphere at a temperature of about 300°C maintained for 2.5 hours, with such operating conditions being variable between 150 and 600°C in terms of temperature and between 10 minutes and 5 hours in terms of time.

It should be noted, however, that the rate of temperature rise during the reduction is high, on the order of $10^\circ\text{C}/\text{min}$, and may vary between 2 and $20^\circ\text{C}/\text{min}$. Likewise, a high hourly flow rate of hydrogen is used, ranging from 2 and 20 times the stoichiometric quantity.

Finally, a controlled introduction of air or oxygen into the reduction vessel is carried out after cooling the latter, preferably under an inert atmosphere, in order to passivate the powder by the controlled oxidation of metal particles.

The catalyst thus obtained is made up of a fine dispersion of platinum crystallites on the carbon. The developed metal surface, as measured by hydrogen chemisorption, is between 60 and $220 \text{ m}^2/\text{g}$ (for catalysts containing 20% platinum) depending on the nature of the support and depending on the treatment the latter may have been subjected to previously. The developed surfaces effectively correspond to the mean diameters of platinum crystallites of 40 and 10 \AA , respectively. These values have been confirmed by

electron microscopy measurements. In particular, it has been observed that in case of the best-dispersed catalysts, the size of the platinum particles does not exceed 12 Å.

The degree of dispersion of such catalysts is therefore very high even when the support has a maximum specific surface area of 100 m²/g or less.

In addition, their noble metal concentration is very high. It is typically 20% by weight, but in certain cases it may reach 50%.

In the above, it was presumed that the noble metal used was platinum.

It will be understood that other metals can be used under similar conditions without departing from the spirit of the invention.

Examples include, in particular, ruthenium, palladium, rhodium and iridium.

To further clarify the above, some typical characteristics and properties of catalysts prepared by the Applicant in accordance with the process of the invention are summarized in the tables below.

TABLE I

SUPPORT	S (m ² /g)	PLATINUM COMPOUND	A (m ² /g)
Carbolac I	950	H ₂ PtCl ₆	195
Carbolac I	950	PtCl ₄	215
Vulcan XC 72	230	H ₂ PtCl ₆	80
Vulcan XC 72	230	PtCl ₄	60

In particular, the following parameters are reported in Table I depending on the nature of the support used and the utilized platinum compound:

S: the specific surface area of the support measured by the B.E.T. method using the nitrogen adsorption isotherm at -195°C.

A: the metallic surface area of the metal (m² per gram of metal), measured by hydrogen chemisorption at ambient temperature.

In such catalysts, the weight ratio of the weight of platinum to the weight of the catalyst is 20%.

The carbon blacks used as supports are supplied by the Cabot Corporation.

Table II

T%	A (m ² /g)
2	260
5	265
10	220
20	190
30	155
40	165
50	120

Parameter A, as defined above, is reported in Table II for different values of the weight ratio T% of the weight of platinum to the weight of the catalyst. In this case, the support is Carbolac I with a specific surface area of 950 m²/g.

Table III

T%	A (m ² /g)
2	100
10	90
20	80
40	55

The same parameter is reported in the table above. In this case, the support is Vulcan XC72 with a specific surface area of 230 m²/g.

TABLE IV

Support	Supplier	S (m ² /g)	A (m ² /g)
Neo Spectra I	Columbian C	1065	170
Carbolac I	Cabot	950	190
Super Spectra	Columbian C	740	170
Regent Super	Degussa	710	160
Neo Spectra III	Columbian C	535	175
Graphite HS	Non-commercial	500	140
Super carbovar	Cabot	400	150
Neo Spectra IV	Columbian C	335	145
Vulcan XC72	Cabot	230	80
Vulcan P	Cabot	150	70
SAFN 110	Ashland	150	85
Vulcan 6F	Cabot	115	70
Mogul L	Cabot	115	75
Elftex S	Cabot	75	65

The values of parameters S and A are reported in Table IV for various types of commercially available supports and T=20%.

The catalysts of the present invention exhibit excellent performance in electrochemical reactions.

They can be used in applications such as, but not limited to, the electrochemical oxidation of hydrogen and the electrochemical reduction of oxygen in fuel cells, in particular.

It will be understood that the invention is not limited to the embodiments and examples described above and covers all modifications thereof.

CLAIMS

1. A process for preparing an electrochemical catalyst, wherein the following consecutive steps are carried out:
 - placing a support in a vessel maintained under a reduced pressure of 10^{-1} to 10^{-6} torr and a temperature of 100 to 1000°C, which are maintained for 2 to 100 hours,
 - allowing the support to cool to ambient temperature under the reduced pressure,
 - bringing the vessel to atmospheric pressure by introducing an inert gas free of any condensable impurities,
 - impregnating the support with a solution of a metal salt under vigorous agitation so as to obtain a viscous paste,
 - freezing the paste by immersion into liquid nitrogen,
 - drying the thus frozen paste by freeze-drying until a fine powder is obtained,
 - immediately reducing the fine powder under a hydrogen atmosphere at a reduction temperature of 150 to 600°C maintained for 10 minutes to 5 hours,
 - allowing the reduced powder to cool to ambient temperature, preferably under a neutral atmosphere, and
 - passivating the reduced powder and cooling, preferably under an inert atmosphere, by the controlled introduction of oxygen.
2. The process according to claim 1, wherein the reduction temperature is reached by starting from the ambient temperature at a rate of 2 to 20°C/min, with the hydrogen atmosphere maintained using an hourly flow rate of hydrogen of 2 to 20 times the stoichiometric quantity.
3. The process according to any one of claims 1 or 2, wherein the metal salt is a salt of a metal selected from the group comprising platinum, ruthenium, palladium, rhodium, and iridium.
4. The process according to claim 3, wherein the metal is platinum.
5. The process according to any one of claims 1 through 4, wherein the metal salt is selected from the group comprising halides, and, preferably, the chloride, nitrate and other compounds of these metals soluble in a solvent, in particular, in water, methyl alcohol, and acetone.
6. The process according to any one of claims 1 through 5, wherein the ratio between the weight of the metal and the total weight of the catalyst is between 0.01 and 0.5 and is preferably reasonably close to 0.2.
7. The process according to any one of claims 1 through 6, wherein the support is finely divided carbon.
8. The process according to claim 7, wherein the support has a specific surface area of at least 75 m²/g.
9. A catalyst obtained by using the process according to any one of claims 1 through 8.
10. A fuel cell utilizing a catalyst according to claim 9.
11. An electrochemical oxidation plant utilizing a catalyst according to claim 9.

12. An electrochemical reduction plant utilizing a catalyst according to claim 9.

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :
(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

2 315 318

A1

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

(21)

N° 75 20102

(54) Procédé de préparation d'un catalyseur électrochimique.

(51) Classification internationale (Int. Cl.²). B 01 J 37/32, 23/42; H 01 M 4/90, 8/00.

(22) Date de dépôt 26 juin 1975, à 15 h 35 mn.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande B.O.P.I. — «Listes» n. 3 du 21-1-1977.

(71) Déposant : Société en nom collectif dite : SOCIETE GENERALE DE CONSTRUCTIONS
ELECTRIQUES ET MECANQUES «ALSTHON ET CIE», résidant en France.

(72) Invention de : John Batzold, Pierre Bono, Claude Legras et Gilbert Nicolaon.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Pierre Belloc.

La présente invention a pour objet un procédé de préparation d'un catalyseur comportant un métal et notamment un métal noble très finement dispersé sur un support, un tel catalyseur étant apte à promouvoir l'oxydation électrochimique de l'hydrogène ainsi que la réduction électrochimique de l'oxygène.

5 Les catalyseurs constitués par des métaux nobles tels que le platine, déposés sur un support inerte se présentent généralement sous forme d'une dispersion à faible teneur de métal (environ 1 % en poids) sur un solide de surface spécifique élevée (soit 500 à 1500 m²/g). De tels supports présentent la plupart du temps une texture microporeuse. Il en résulte des inconvénients liés à la
10 diffusion des réactifs et des produits de réaction par transfert de masse à l'intérieur des microcapillaires lors de l'utilisation de tels catalyseurs. On conçoit donc qu'il est souhaitable de préparer des catalyseurs sur des supports présentant une très faible porosité ou même une porosité nulle afin d'éviter de tels inconvénients. Généralement de tels supports présentent une surface spécifique
15 faible sur laquelle il est donc beaucoup plus difficile de disperser efficacement et donc économiquement ledit métal noble.

Par ailleurs dans les applications où un lit catalytique relativement mince doit être mis en oeuvre il est important pour pouvoir disposer d'une masse active suffisante d'employer un métal à concentration élevée une telle concentration
20 pouvant être notablement supérieure à 10 % sur le support ; cette dernière considération est particulièrement justifiée dans le cas des électrodes minces de piles à combustibles.

En effet pour obtenir une activité catalytique maximale, associée à une chute ohmique aussi faible que possible et à un encombrement limité, il est
25 nécessaire de concentrer dans la faible épaisseur (50 à 200 microns) de l'électrode poreuse, une quantité suffisante du composé électrocatalytiquement actif (0,1 à 1 mg/cm² environ).

Ces deux conditions, à savoir support peu ou pas microporeux et par conséquent de surface spécifique modérée, en général inférieure à 500 m²/g environ d'une
30 part et teneur en élément actif élevée d'autre part, conduisent, lorsque les méthodes traditionnelles de préparation des catalyseurs supportés sont employées à un état de division trop faible d'où il résulte une utilisation très imparfaite des métaux nobles.

La méthode mise au point par la Demanderesse permet de préparer des cataly-
35 seurs bien dispersés dont la teneur en métal noble est élevée aussi bien sur des supports de grande surface notamment de l'ordre de 1000 m²/g que sur des supports de surface spécifique moindre, 75 à 500 m²/g pour fixer les idées.

L'invention a donc pour objet un procédé de préparation d'un catalyseur électrochimique procédé caractérisé par le fait que l'on effectue les étapes
40 successives suivantes :

- on dispose dans une enceinte maintenue sous pression réduite comprise entre 10^{-1} à 10^{-6} torr et à une température comprise entre 100 et 1000°C, maintenues de 2 à 100 heures un support
- on laisse refroidir ledit support sous ladite pression réduite jusqu'à la
- 5 température ambiante
- on met ladite enceinte sous pression atmosphérique par introduction d'un gaz inerte exempt de toute impureté condensable
- on imprègne sous agitation vigoureuse par une solution d'un sel métallique ledit support de manière à obtenir une pâte visqueuse
- 10 - on congèle ladite pâte par immersion dans l'azote liquide
- on sèche ladite pâte ainsi congelée par lyophilisation jusqu'à obtention d'une poudre fine
- on réduit immédiatement ladite poudre fine en atmosphère d'hydrogène à une température dite température de réduction comprise entre 150 et 600°C, maintenue
- 15 de 10 minutes à 5 heures,
- on laisse refroidir ladite poudre réduite jusqu'à la température ambiante, de préférence en atmosphère neutre
- on passive ladite poudre réduite et refroidie de préférence sous atmosphère inerte par introduction contrôlée d'oxygène.

20 Ledit support est un carbone divisé présentant une surface spécifique au moins égale à 75 m²/g.

Par ailleurs ledit sel métallique est un sel d'un métal choisi dans le groupe formé par le platine, le ruthénium, le palladium, le rhodium, l'iridium.

25 Les exemples suivants sont donnés afin de permettre de mieux comprendre la présente invention et ses avantages, étant bien entendu que ces exemples n'ont qu'un caractère illustratif mais nullement limitatif.

Conformément à l'invention on élimine tout d'abord de la surface du support de catalyseur toute impureté éventuellement condensée au cours de manipulations antérieures. Ledit support est par exemple un noir de carbone présentant une

30 surface spécifique au moins égale à 75 m²/g.

A cet effet le support est disposé dans une enceinte sous pression réduite de l'ordre de 10^{-1} à 10^{-6} torr et cela à une température comprise entre 100 et 1000°C et de préférence entre 150 et 600°C de telles conditions étant maintenues jusqu'à ce que le support ait atteint un poids constant. Cette opération dure

35 en général entre 2 et 100 heures et le plus souvent environ 15 heures.

Puis on laisse refroidir toujours sous pression réduite avant de remettre l'enceinte à la pression atmosphérique par introduction d'un gaz inerte (par exemple l'azote) exempt de toute vapeur condensable.

Immédiatement après cette opération on imprègne sous agitation vigoureuse

40 ledit support par une solution de préférence aqueuse d'un sel de métal noble en

l'occurrence l'acide chloroplatinique ou le chlorure de platine le volume de solution utilisé étant tel que l'on obtienne au terme de l'opération une pâte visqueuse.

Outre les sels mentionnés ci-dessus on peut utiliser un nitrate et généralement un sel soluble en milieu aqueux ou dans tout autre solvant éventuel tel que notamment le méthanol ou l'acétone.

Ladite pâte visqueuse est alors instantanément congelée par immersion dans l'azote liquide, puis séchée par lyophilisation.

La poudre fine résultant de cette dernière opération est immédiatement réduite en atmosphère d'hydrogène, à une température de 300°C environ maintenue 2,5 heures, de telles conditions opératoires pouvant varier entre 150 et 600°C en ce qui concerne la température et entre 10 minutes et 5 heures en ce qui concerne le temps.

Il faut noter cependant que dans cette réduction la vitesse de montée en température est élevée de l'ordre de 10°C/minute et peut varier entre 2 et 20°C/minute. De même, on utilise un débit horaire d'hydrogène élevé, lequel est compris entre 2 et 20 fois la quantité stoechiométrique.

Enfin on procède à une introduction contrôlée d'air ou d'oxygène dans l'enceinte de réduction après refroidissement de celle-ci, de préférence en atmosphère inerte pour passiver la poudre par oxydation ménagée des particules métalliques.

Le catalyseur ainsi obtenu est constitué par une fine dispersion de cristallites de platine sur le charbon. La surface développée du métal mesurée par chemisorption d'hydrogène est comprise entre 60 et 220 m²/gr (pour des catalyseurs à 20 % de platine) selon la nature du support et selon les traitements auxquels celui-ci a été préalablement soumis. Lesdites surfaces développées correspondent effectivement à des diamètres moyens de cristallites de platine de 40 et 10 Å respectivement. Ces valeurs ont été confirmées par des mesures de microscopie électronique. En particulier il a été observé que dans le cas de catalyseurs les mieux dispersés la dimension des particules de platine n'excède pas 12 Å.

L'état de dispersion de tels catalyseurs est donc très élevé même lorsque le support présente une surface spécifique maximale de 100 m²/g et moins.

En outre la concentration en métal noble y est très élevée. Elle est en général de 20 % en poids mais elle peut atteindre dans certains cas jusqu'à 50 %.

On a supposé dans ce qui précède, que le métal noble mis en oeuvre était le platine.

Bien entendu, d'autres métaux peuvent être mis en oeuvre dans des conditions similaires sans pour autant se départir de l'esprit de l'invention.

Citons notamment le ruthenium, le palladium, le rhodium, l'iridium.

Pour fixer les idées, on va résumer dans les tableaux ci-dessous quelques propriétés et caractéristiques typiques de catalyseurs préparés par la Demanderesse selon le procédé objet de son invention.

TABLEAU I

5	SUPPORT	S (m ² /g)	COMPOSE DE PLATINE	A (m ² /g)
	Carbolac 1	950	H ₂ Pt C16	195
	Carbolac 1	950	Pt C14	215
	Vulcan XC 72	230	H ₂ Pt C16	80
10	Vulcan XC 72	230	Pt C14	60

Dans le tableau I sont rapportés selon la nature du support mis en oeuvre et le composé du platine utilisé notamment :

15 S Surface spécifique du support mesurée par la méthode B.E.T. à partir de l'isotherme d'adsorption d'azote à - 195°C.

A Aire métallique du métal (en m² par gramme de métal) mesurée par chemisorption d'hydrogène à température ambiante.

Dans de tels catalyseurs le rapport pondéral entre le poids de platine et le poids de catalyseur est de 20 %.

20 En ce qui concerne les noirs de carbone utilisés comme supports, ces derniers sont fournis par la Société "Cabot".

TABLEAU II

	T %	A(m ² /g)
25	2	260
	5	265
	10	220
	20	190
	30	155
30	40	165
	50	120

Dans le tableau II est rapporté pour différentes valeurs du rapport pondéral T % entre le poids de platine et le poids de catalyseur le paramètre A tel que précédemment défini. Le support est dans ce cas du Carbolac 1 présentant une surface spécifique de 950 m²/g.

35

TABLEAU III

	T %	A(m ² /g)
	2	100
	10	90
5	20	80
	40	55

Dans ce tableau, le même paramètre que ci-dessus est rapporté, le support étant dans ce cas le Vulcan XC72 qui présente une surface spécifique de 230 m²/g.

10

TABLEAU IV

	Support	Fournisseur	Sm ² /g	Am ² /g
	Neo Spectra I	Columbian C	1065	170
	Carbolac I	Cabot	950	190
15	Super Spectra	Columbian C	740	170
	Regent Super	Degussa	710	160
	Neo Spectra III	Columbian C	535	175
	Graphite HS	Non commercial.	500	140
	Super carbovar	Cabot	400	150
20	Neo Spectra IV	Columbian C	335	145
	Vulcan XC72	Cabot	230	80
	Vulcan P	Cabot	150	70
	SAFN 110	Ashland	150	35
	Vulcan 6F	Cabot	115	70
25	Mogul L	Cabot	115	75
	Elftex S	Cabot	75	65

Dans le tableau IV on a rapporté les valeurs des paramètres S et A pour divers types de supports commerciaux et pour T = 20 %.

30

Les catalyseurs objet de la présente invention présentent d'excellentes performances dans des réactions électrochimiques.

A titre nullement limitatif ils peuvent être utilisés pour l'oxydation électrochimique de l'hydrogène et pour la réduction électrochimique de l'oxygène dans des piles à combustible notamment.

35

Bien entendu, l'invention n'est nullement limitée aux modes de réalisation et exemples décrits mais elle en couvre au contraire toutes les variantes.

REVENDICATIONS

- 1/ Procédé de préparation d'un catalyseur électrochimique procédé caractérisé par le fait que l'on effectue les étapes successives suivantes :
- on dispose dans une enceinte maintenue sous pression réduite comprise entre 10^{-1} à 10^{-6} torr et à une température comprise entre 100 et 1000°C, maintenues de 2 à 100 heures un support
 - on laisse refroidir ledit support sous ladite pression réduite jusqu'à la température ambiante
 - on met ladite enceinte sous pression atmosphérique par introduction d'un gaz inerte exempt de toute impureté condensable
 - on imprègne sous agitation vigoureuse par une solution d'un sel métallique ledit support de manière à obtenir une pâte visqueuse
 - on congèle ladite pâte par immersion dans l'azote liquide
 - on sèche ladite pâte ainsi congelée par lyophilisation jusqu'à obtention d'une poudre fine
 - on réduit immédiatement ladite poudre fine en atmosphère d'hydrogène à une température dite température de réduction comprise entre 150 et 600°C, maintenue de 10 minutes à 5 heures,
 - on laisse refroidir ladite poudre réduite jusqu'à la température ambiante, de préférence en atmosphère neutre
 - on passive ladite poudre réduite et refroidie de préférence sous atmosphère inerte par introduction contrôlée d'oxygène.
- 2/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que ladite température de réduction est atteinte à partir de la température ambiante selon une vitesse comprise entre 2 et 20°C/minute, ladite atmosphère d'hydrogène étant maintenue par un débit horaire d'hydrogène compris entre 2 et 20 fois la quantité stoechiométrique.
- 3/ Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé par le fait que ledit sel métallique est un sel d'un métal choisi dans le groupe formé par le platine, le ruthénium, le palladium, le rhodium et l'iridium.
- 4/ Procédé selon la revendication 3, caractérisé par le fait que ledit métal est le platine.
- 5/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que ledit sel métallique est choisi dans le groupe comprenant les halogénures et de préférence le chlorure, le nitrate et autres composés de ces métaux solubles dans un solvant notamment dans l'eau, l'alcool méthylique, l'acétone.
- 6/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé par le fait que le rapport entre le poids dudit métal et le poids total de catalyseur est compris entre 0,01 et 0,5 et de préférence sensiblement égal à 0,2.
- 7/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé par le fait que

support est un carbone divisé.

8/ Procédé selon la revendication 7, caractérisé par le fait que ledit support présente une surface spécifique au moins égale à 75 m²/g.

9/ Catalyseur obtenu par mise en oeuvre du procédé selon l'une des revendications 5 1 à 8.

10/ Pile à combustible mettant en oeuvre un catalyseur selon la revendication 9.

11/ Installation d'oxydation électrochimique mettant en oeuvre un catalyseur selon la revendication 9.

12/ Installation de réduction électrochimique mettant en oeuvre un catalyseur 10 selon la revendication 9.